

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

平1-102085

⑬ Int. Cl.⁴

C 07 F 5/06
C 09 D 7/02
C 09 K 3/00

識別記号

PSK
103

庁内整理番号

F-7457-4H
6845-4J
B-7537-4H※

⑭ 公開 平成1年(1989)4月19日

審査請求 未請求 請求項の数 10 (全12頁)

⑮ 発明の名称 新規アルミニウム-マグネシウム-ヒドロキシ-化合物及びその製法

⑯ 特 願 昭63-235146

⑰ 出 願 昭63(1988)9月21日

優先権主張 ⑱ 1987年9月23日 ⑲ 西ドイツ(DE) ⑳ P3731919.1

㉑ 発 明 者 ローラント・マルチン ドイツ連邦共和国ヴァインハイム・カスタンニエンヴェーク 21

㉒ 出 願 人 ギウリーニ・ヒエミ ドイツ連邦共和国ルートヴィッツリヒスハーフェン・アム・ライン 15
ー・ゲゼルシャフト・
ミット・ベシュレンク
テル・ハフツング

㉓ 代 理 人 弁理士 矢野 敏雄 外1名
最終頁に続く

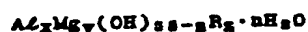
明 細 書

1 発明の名称

新規アルミニウム-マグネシウム-ヒドロキシ-化合物及びその製法

2 特許請求の範囲

1 式:



〔式中Rはモノカルボン酸の残基RCOO⁻を表わし、その酸に指数x, y, zは次の条件を満足する:〕

$$3 \leq x \leq 9$$

$$4 \leq y \leq 13$$

$$3 \leq z \leq 5$$

及び

$$3x + 2y = 35$$

〕の新規アルミニウム-マグネシウム-ヒドロキシ-化合物。

2 x = 5, y = 10 及び z = 4 である請求項1記載の化合物。

3 残基RCOO⁻が炭素原子2~22個を含有す

る請求項1又は2記載の化合物。

4 残基RCOO⁻を含有するカルボン酸が工業級の脂肪族モノカルボン酸の混合物である請求項1から3までのいずれか1項記載の化合物。

5 式:



〔式中指数が

$$3 \leq x \leq 9$$

$$4 \leq y \leq 13$$

$$3 \leq z \leq 5$$

及び

$$3x + 2y = 35 \text{ である} \text{〕の化合物の水}$$

性懸濁液と残基RCOO⁻が炭素原子2~22個を含有するモノカルボン酸の固体のアルカリ塩又は水中に懸濁させたそのアルカリ塩とを温度20~100℃で攪拌下に反応させることを特徴とする請求項1記載の化合物の製法。

6 両方の反応成分の反応を剪断力の作用下に実施する請求項5記載の方法。

7 固体分を濾過により懸濁液から分離する請

求項5又は6記載の方法。

8. 濾過ケーキをサルフェート分がなくなるまで洗浄する請求項7記載の方法。

9. 濾過ケーキを温度60～130℃で乾燥させる請求項5から8までのいずれか1項記載の方法。

10. サルフェート分を含まない濾過ケーキを水中に再懸濁させ、かつこの懸濁液を噴霧乾燥し、その際に入口温度 T_E は250～350℃、出口温度 T_A は80～130℃である請求項5から9までのいずれか1項記載の方法。

3 発明の詳細な説明

産業上の利用分野

本発明は、アルミニウム-マグネシウム-ヒドロキシ-化合物をベースとする、例えば着色剤、ラッカー、塗料、パテ、ろり、接着剤及び化粧品の新規増粘剤、チキソトロピー剤、安定化剤及び沈降防止剤並びにそれらの製法に関する。

従来の技術

層状珪酸塩並びに増粘剤としてのその使用は西ドイツ国特許公開第3145449号明細書の目的でもある。

西ドイツ国特許公開第3145452号明細書及び同第3145475号明細書にもゲル形成する親有機性粘土が記載されている。しかしながら前記の親有機性層状珪酸塩とは異なり、粘土のカチオン交換部位が有機カチオン、例えば四級アンモニウムイオン、ホスホニウムイオン又はスルホニウムイオンにより置換されるばかりでなく、粘土中に水性粘土懸濁液と有機アニオン-及び有機カチオン化合物との反応の間に形成される有機カチオン-、有機アニオン錯体が導入されている。

西ドイツ国特許公開第3145452号明細書及び同第3145475号明細書の親有機性珪酸塩錯体は有機液体中でゲルの形成下に分散可能である。その組成に応じて、ゲルは脂肪、油をベースとするスラリー、鑄造用砂の結合剤、接着剤及び充填剤等として好適である。

増粘剤及びチキソトロピー剤としては前記の使用分野で親有機性モンモリロナイト、ヘクトライト及びペントナイトのような親有機性層状珪酸塩が長い間使われており、これは膨潤性層状珪酸塩を長鎖状の極性有機分子、特に四級アンモニウム化合物で被覆する場合に生成する。ゲル形成する親有機性層状珪酸塩は多数の特許の目的である。例えばローロツパ公開特許第0204240号には、変換可能なカチオンが全部又は一部だけ四級アンモニウム化合物により代えられている親有機性層状珪酸塩が記載されている。このように製造した層状珪酸塩は有機溶剤中でゲル形成下に分散可能である。層状珪酸塩として天然粘土鉱物を使用する際に、予め原料から非膨潤性物質を分離することにより精製する必要がある。更に、層状珪酸塩は高い膨潤性の形で存在すべきであるので、これを、例えばナトリウム形を前接親したイオン交換反応により製造することが推奨される。四級アンモニウム化合物を含有する膨潤性の親有機性変性

しかし従来製造された多くの親有機性粘土はそれらに対する要件を十分に満足しないことが明らかになつた。出発粘土の品質に相応して、固体含量約10%の有機溶剤中のペーストである原料ペースト中で変色が起こり、これが多くの使用分野で妨害的であり、かつ透明なあるいは純白の製品の製造を阻害することが認められた。更に、有機溶剤中に分散させた多くの親有機性層状珪酸塩の貯蔵安定性は不十分である。これは、溶剤が短時間で析出しかつ原料ペーストを貯蔵する際に硬質沈着物が生じることにより明らかである。

有機変性したペントナイトを化粧用調剤中に混和する際に生じる大きな問題は、簡単に黄色乃至褐色に変色する固有色で、非常に不利に作用する。この固有色は、有機変性したペントナイトをトルエン、シクロヘキサン、シリコン油又はパラフィン油のような種々の有機溶剤中に分散させる際に生じる。

更に、有機的に変性したペントナイトを増粘

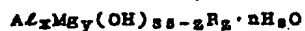
剤及びチキソトロピー剤として含有する化粧品では皮膚の刺激及び非認容性が起り得る。主としてこれは、ペントナイトの有機炭性の膜に使用すべき30～50重量%で含有されている四級アンモニウム化合物が原因である。

発明が解決しようとする課題

従つて、前記の親有機性層状珪酸塩の欠点を有していない新規化合物を見出すという課題が生じた。

課題を解決するための手段

この課題が式：



〔式中Rは炭素原子2～22個を有するモノカルボン酸のRCOO⁻ - 残基を表わし、かつ指数x, y, nは次の条件を満足する：

$$3 \leq x \leq 9$$

$$4 \leq y \leq 13$$

$$3 \leq n \leq 5$$

$$3x + 2y = 35$$

〕の

化合物により解決され驚異的であつた。

60～130℃、殊に80～110℃で例えば乾燥装置中で行なり。他の乾燥装置も同様に適用し得る。

他の乾燥法ではサルフェートを含まない濾過ケーキを水中に再懸濁させかつ噴霧乾燥し、その際に入口温度T_Eは250～350℃、殊に270～300℃であり、かつ出口温度T_Aは80～130℃、殊に90～110℃である。

他の製造別法によれば化合物Al_xMgy(OH)₃₅₋₂(BO₃)_{2/3}・nH₂Oの水性懸濁液に固体のモノカルボン酸のアルカリ塩を添加し、その際に他の方法の特徴はすべて同一である。

新規方法で出発物質として使用したAl-Mg-化合物は技術水準から、例えば西ドイツ国特許第3408463号明細書から既に公知である。モノカルボン酸は市販されている化合物である。アルカリ塩の製造は実施例により行なりことができる。

新規化合物は固体で白色の無臭結晶物質である。その構造の特徴はX線回折法及び走査型電

この新規化合物の製造は、



〔式中指数が

$$3 \leq x \leq 9$$

$$4 \leq y \leq 13$$

$$3 \leq n \leq 5$$

及び

3x + 2y = 35である〕の化合物の水性懸濁液と残基RCOO⁻が炭素原子2～22個を含有するモノカルボン酸のアルカリ塩の水性懸濁液とを温度20～100℃、殊に20～60℃で攪拌下に反応させることにより行なり。このような方法条件下にたいいていの場合反応は2時間後に完結する。

水性懸濁液からの反応生成物の分離は公知方法の1つで行なりことができ、濾過によると使われている。濾過ケーキを、付着しているアルカリサルフェートを除去するために、洗浄水中にBO₃³⁻が塩化バリウムで検出されなくなるまで水洗すべきである。濾過ケーキの乾燥は温度

子検鏡法により観察する。X線回折像により新規化合物が結晶性であることが立証された。層構造又は薄板構造は走査型電子顕微鏡像から明らかである。添付図面の第1図は例10の生成物の走査型電子顕微鏡像である。

両方とも市販されている有機炭性ヘクトライト又はナトリウムペントナイトと比較する際に、新規化合物は明らかに高い白色度を呈する。白色度は物質の色の尺度であり、例えばドクター・ラング(D. Lange)の色測定器トリカラー(Tricolor) LPM3を用いてエナメル標準白色に対して測定する。次の表1に後記の例6～17からの生成物の白色度並びに市販製品2種の白色度を記載する。この表から、新規化合物が明らかに高い白色度を有し、従つて市販製品は着色されているが殆んど白色である。

表 1：白色度の比較

例6からの生成物	98.1
7 " "	98.0
8 " "	98.1

例9からの生成物	98.2
10	97.9
11	98.4
12	98.3
13	98.2
14	98.1
15	98.3
16	98.4
17	98.1
ナトリウム-ペントナイト	91.3
有機変性ヘクトライト	91.8

次の実験で新規生成物が既に濃度2%で沈降防止剤として有効であることが明らかである：

表2に記載の調製物を製造し、かつ沈降曲線をエツペンドルフ光度計を用いて濃濁測定を介して測定した：

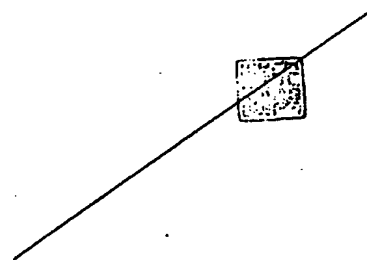
300ml-ビーカー中で溶剤のパラフィン油の吸光度を0に調整、つまり透過率100%にする。同じビーカー中に各実施例からの生成物を市販のNa-ペントナイト及び有機変性ヘク

表 2 : 沈降実験(透過率%)

生成物 例	1時間後	2時間後	3時間後	6時間後	8時間後
6	0.2	0.4	1.0	11.9	21.0
7	0.8	1.2	1.4	4.7	9.0
8	1.0	2.0	2.8	13.6	23.5
9	0.8	0.8	1.2	4.7	8.5
10	0.8	0.8	0.8	3.5	7.0
11	0.8	0.8	1.2	2.5	5.8
12	0.4	0.4	0.4	1.6	5.5
13	0.2	0.2	0.2	1.5	5.3
14	0.2	0.2	0.3	1.5	5.0
15	0.2	0.2	0.2	1.6	5.4
16	0.4	0.6	0.8	2.0	6.1
17	0.6	0.6	1.0	2.5	6.3
Na-ペントナイト:	2.3	7.6	12.5	33.0	51.0
有機変性ヘクト ライト:	2.0	6.5	9.0	22.2	33.0

トライトと比較するためにパラフィン油中の2%濃度で投入し、攪拌により均一に懸濁させ、かつその後3分間100rpmで攪拌する。攪拌機を停止しかつ吸光度の減少を記録計を介して追跡する。攪拌機停止直後に得られる吸光度から透過率0%と予測される。

表2から、本発明による生成物が比較製品よりも著しく沈降し難いことが容易に認められ、これは顔料の利点である。



これとは別個に沈降容量を別々の時間後に100ml-測定シリンダー中で測定する。このために調製物を垂直方向に20回、水平方向に20回振盪し、その後で放置する。沈降容量から、本発明による有機生成物が溶剤中で低い剪断力下に簡単に分散可能であることが明らかである。

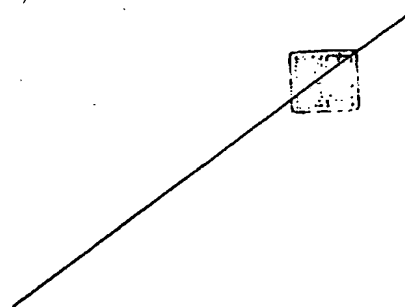


表4：沈降粉量（mg）、パラフィン油中（Hansen + Rosenthal 社の Pioneer 2660 型、高粘性）

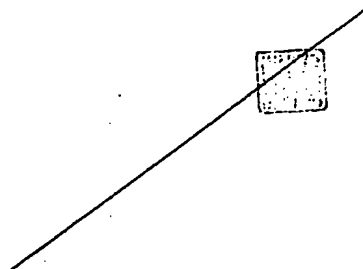
生成物 例	10 min	30 min	1 h	2 h	3 h	4 h	8 h	18 h	24 h
6	100	98	97	91	87	82	59	45	43
7	100	99	98	96	94	93	77	47	43
8	100	99	98	94	92	89	71	48	43
9	100	99	97	94	91	89	72	44	43
10	100	99	98	94	92	90	73	45	43
11	100	98	98	93	91	88	67	45	43
Na-ベントナイト：	100	96	87	61	53	49	44	43	43
有機酸性ヘクトライト：	99	98	97	91	85	80	58	45	43
添加物なし	97	94	84	60	50	47	41	40	40

表3：シリコーン油中の沈降粉量（mg）（Dow Corning 社の 345 型）

生成物 例	0.5 分後	1 分後	3 分後	7 分後	10 分後	30 分後	60 分後	2 時間後	14 時間後
6	99	98	98	91	90	80	75	65	23
7	100	100	99	98	97	93	89	74	24
8	100	100	98	96	95	90	85	72	24
9	100	99	98	96	94	88	82	77	27
10	100	99	98	96	94	89	81	70	27
11	100	99	97	94	92	84	78	67	25
添加物なし	98	95	73	44	40	35	32	30	25
Na-ベントナイト：	100	99	97	82	68	47	43	38	25
有機酸性ヘクトライト：	100	99	97	92	91	82	72	62	27

特開平1-102085(5)

表2及び3の沈降実験とは別に、本発明による生成物（2%）を溶剤に不溶性の物質（例えばアルミニウムクロロヒドレート、その90%の粒径範囲10~75 μ m）と共に溶剤中の15%濃度で懸濁させる。例6~11からの物質を添加した際の懸濁生成物が懸沈降性であることも認められる。



実施例

次に本発明を実施例により詳説する。

例1： $Al_xMg_y(OH)_{33-x}(SO_4)_z \cdot nH_2O$ の製造

開放攪拌釜中に Al_2O_3 6.74%の水酸化アルミニウムペースト4743gを予め投入し、水8995gで希釈し、かつその後 SO_4 21.54%及び Al 4.21%の硫酸アルミニウム溶液2924.8gを攪拌投入する。場合により存在する CO_2 ガスを排出するために一晚放置する。 Mg 含有率60.3%の MgO 1336.7gを攪拌下に添加し、その際に若干加温される。更に2時間攪拌し、かつその後懸濁液を更に加工するのに使用することができる。

収率： Al 2.46%、 Mg 4.47%、 SO_4 3.5%

例2：カプリル酸ナトリウム $C_7H_{15}COONa$ の製造

カプリル酸800gを水7L中に懸濁させかつ攪拌下に80℃に加熱する。その後、水500g中の $NaOH$ 221.8gの溶液をゆつくりと滴

加しかつ室温に冷却させる。水溶液を徐々に蒸発濃縮させかつ残渣を乾燥箱中105℃で乾燥させる。

収量：白色粉末877g (理論量の95%)

例3：ミリスチン酸ナトリウム $C_{18}H_{37}COONa$ の製造

ミリスチン酸800gを水3L中に懸濁させかつ攪拌下に80℃に加熱する。その後、水350ml中のNaOH 140.2gの溶液を徐々に加えかつ室温に冷却させる。その際にミリスチン酸ナトリウム沈殿し、これを吸引漏斗を介して濾過する。乾燥箱中で一定重量になるまで注意深く乾燥させる。

収量：白色粉末820g (理論量の89%)

例4：パルミチン酸ナトリウム $C_{16}H_{33}COONa$ の製造

パルミチン酸800gを水9L中に懸濁させかつ攪拌下に80℃に加熱する。その後、水350ml中のNaOH 124.8gの溶液を漸加しかつ室温に冷却させる。吸引濾過しかつ残渣を

乾燥箱中105℃で一定重量になるまで乾燥させる。

収量：白色の無臭結晶性粉末395g (理論量の95%)

同定：AL 11.5% (i.Tr.) (理論値11.8%)

Mg 20.9% (i.Tr.) (理論値21.3%)

C 8.3% (i.Tr.) (理論値8.4%)

X線スペクトル (測定器：フィリップス社粉末自動X線回折計、システムAPD15)

ピーク	2-θ	d (pm)	I/I ₀
1	19.870	446.45	82
2	34.170	262.18	56
	34.484	259.86	74
	35.669	256.07	100
	35.669	251.50	77
3	41.400	217.00	
4	42.500	213.00	
5	48.200	189.00	
6	60.309	153.34	49
	60.526	152.84	66

乾燥箱中105℃で乾燥させる。

収量：白色粉末814g (理論量の94%)

例5：ペヘン酸ナトリウム $C_{21}H_{43}COONa$ の製造
ペヘン酸700gを水9000ml中に懸濁させかつ80℃に加熱する。その後、蒸留水350ml中のNaOH 83gの溶液を加える。その際に、直ちにペヘン酸ナトリウムが沈殿する。室温に冷却させかつ沈殿を吸引漏斗を介して濾取する。エタノール3×200mlで後洗浄しかつ残渣を乾燥箱中65℃で乾燥させる。

収量：白色粉末708g (理論量の95%)

例6： $Al_2Mg_{10}(OH)_{21}(CH_3COO)_4$ の製造

酢酸Na 119.6gを水1076g中に攪拌機を用いて懸濁させ、かつ例1で製造したようなAL-Mg-ヒドロキシサルフェート懸濁液2000gに加える。反応を完結するため80℃に3時間加熱し、冷却し、かつその後で不溶性AL-Mg-ヒドロキシアセテートを濾取する。サルフェートがBaCl₂によつてBaSO₄として検出されなくなるまで水で後洗浄する。濾過ケーキを乾燥箱中

61.199 151.32 76

61.633 150.35 60

61.965 149.63 58

例7：AL-Mg-ヒドロキシ-カプリレート

$Al_2Mg_{10}(OH)_{21}(C_7H_{15}COO)_4$ の製造

カプリル酸Na (例2より) 242.3gを水2181g中に攪拌下に懸濁させ、かつ例1で製造したようなAL-Mg-ヒドロキシ-サルフェート懸濁液2000gに加える。反応を完結するため60℃に1時間加熱し、冷却させかつ不溶性のAL-Mg-ヒドロキシ-カプリレートを濾取する。サルフェートがBaCl₂溶液によりBaSO₄として検出されなくなるまで水で後洗浄する。濾過ケーキを乾燥箱中105℃で一定重量になるまで乾燥させる。

収量：白色の無臭結晶粉末517g (理論量の96%)

同定：AL 9.0% (i.Tr.) (理論値9.1%)

Mg 16.2% (i.Tr.) (理論値16.4%)

C 25.0% (i.Tr.) (理論値26.0%)

X線スペクトル(フィリップス社の粉末自動

X線回折計, システムAPD 15)

ピーク	2-θ	d (pm)	I/I ₀
1	19.370	4 57.84	66
2	33.974	2 63.65	42
	34.267	2 61.46	72
	34.506	2 59.70	88
	34.871	2 57.07	100
	35.075	2 55.62	83
	35.608	2 51.91	62
3	41.4	2 17.	
4	42.5	2 13.	
5	48.3	1 89.	
6	60.652	1 525.5	67
	60.892	1 520.1	72
	61.279	1 511.4	56
	61.714	1 501.8	46

例8 AL-Mg-ヒドロキシ-ミリスチート
 $Al_2Mg_{10}(OH)_{21}(C_{18}H_{37}COO)_4$ の製造
 ミリスチン酸Na(例3から) 182.5gを

	21.560	4 11.82	72
2	33.916	2 64.08	35
	34.089	2 62.78	49
	34.471	2 59.95	70
	35.069	2 55.66	68
	35.524	2 52.49	51
3	41.4	217.	
4	42.5	213.	
5	48.2	189.	
6	60.318	1 53.31	28
	60.534	1 52.82	47
	61.649	1 50.32	42

例9: AL-Mg-パルミテート $Al_2Mg_{10}(OH)_{21}$
 $(C_{15}H_{31}COO)_4$ の製造

パルミチン酸Na(例4から) 405.9gを
 水3653g中に攪拌下に懸濁させ、かつ例1
 で製造したようなAL-Mg-ヒドロキシ-サルフエ
 ート懸濁液2000gに加える。反応を完結さ
 せるために60℃に1時間加熱し、冷却させ、
 その後不溶性のAL-Mg-ヒドロキシ-パルミチ

水1643g中に攪拌下に懸濁させ、かつ例1
 で製造したようなAL-Mg-ヒドロキシ-サルフ
 エート懸濁液1000gに加える。60℃で1
 時間加熱して反応を完結させ、冷却させ、かつ
 不溶性のAL-Mg-ヒドロキシ-ミリスチートを
 濾取する。サルフエートがBaCl₂溶液により
 BaSO₄として検出されなくなるまで水で後洗浄
 する。濾過ケーキを乾燥箱中105℃で一定重
 量まで乾燥する。

収量: 白色の無臭結晶粉末

同定: AL 7.3% (1.Tr.) (理論値の7.4%)

Mg 13.2% (1.Tr.) (理論値の13.4
 %)

C 36.3% (1.Tr.) (理論値の37.0
 %)

X線スペクトル(測定器: フィリップス社の
 粉末自動X線回折計, システムAPD15)

ピーク	2-θ	d (pm)	I/I ₀
1	20.909	4 24.48	100
	21.340	4 16.00	91

ートを濾過する。サルフエートがBaCl₂により
 BaSO₄として検出されなくなるまで水で後洗浄
 する。その後、濾過ケーキを乾燥箱中105℃
 で一定重量まで乾燥させる。

収量: 白色の無臭結晶粉末660g (理論量
 の94%)

同定: AL 6.8% (1.Tr.) (理論値7.0%)

Mg 12.4% (1.Tr.) (理論値12.6%)

C 39.4% (1.Tr.) (理論値39.9%)

X線スペクトル(測定器: フィリップス社粉
 末自動X線回折計, システムAPD 15)

ピーク	2-θ	d (pm)	I/I ₀
1	19.702	4 50.21	59
	21.323	4 16.35	100
2	31.792	2 81.23	30
3	34.305	2 61.17	48
	34.615	2 58.91	76
	35.169	2 54.95	64
4	41.4	2 17.	
5	42.5	2 13.	

6	48.3	1 89.
7	60.700	1 52.44 49
	61.138	1 51.45 32
例10: $Al-Mg$ -ヒドロキシ-ステアレート $Al_8Mg_{10}(OH)_{51}(C_{17}H_{35}COO)_4$ の製造		
ステアリン酸 Na 446.8g を水 4021g 中に攪拌下に懸濁させかつ例1で製造したよう な $Al-Mg$ -ヒドロキシ-サルフェート懸濁液 2000g に加える。反応を完結するため 60℃で1時間加熱し、冷却させ、その後不溶 性の $Al-Mg$ -ヒドロキシ-ステアレートを濾取 する。サルフェートが $BaCl_2$ により $BaSO_4$ とし て検出されなくなるまで水で後洗浄する。濾過 ケーキを乾燥箱中105℃で一定重量になるま で乾燥させる。		
収量: 白色の無臭結晶粉末 738g (理論量 の98%)		
同定: Al 6.5% (i.Tr.) (理論値 6.6%) Mg 11.7% (i.Tr.) (理論値 11.9%) C 42.2% (i.Tr.) (理論値 42.4%)		

60.974	1 51.82	35
61.306	1 51.08	35

例10による生成物のREM像は添付の第1図
 に、そのX線像は第2図に、その示差熱分析は
 第3図に、熱重量分析は第4図に図示した。

例11: $Al-Mg$ -ヒドロキシ-ベヘネート $Al_8Mg_{10}(OH)_{51}(C_{21}H_{43}COO)_4$ の製造		
ベヘン酸 Na (例5から) 528.6g を水 758g 中に攪拌下に懸濁させ、かつ例1に製 造したような $Al-Mg$ -ヒドロキシ-サルフェー ト懸濁液に加える。反応を完結するため60℃ に1時間加熱し、冷却させ、かつその後不溶性 の $Al-Mg$ -ヒドロキシ-ベヘネートを濾取する。 サルフェートが $BaCl_2$ により $BaSO_4$ として検出 されなくなるまで水で後洗浄する。濾過ケーキ を乾燥箱中105℃で一定重量まで乾燥させる。		
収量: 白色の無臭結晶粉末 767g (理論量 の95%)		
同定: Al 5.8% (i.Tr.) (理論値 6.0%) Mg 10.5% (i.Tr.) (理論値 10.7%)		

X線スペクトル (測定器: フイリッブス社粉
 末自動X線回折計, システム APD15)

ピーク	2-θ	d (pm)	I/I ₀
1	19.576	4 53.07	59
	20.794	4 26.81	91
	21.466	4 13.59	100
2	31.641	2 82.53	34
3	34.894	2 64.25	41
	34.072	2 62.91	36
	34.401	2 60.47	47
	34.697	2 58.32	61
	35.265	2 54.29	46
	35.5114	2 52.56	44
	35.693	2 51.33	39
	35.873	2 50.11	34
4	41.4	2 17.	
5	42.5	2 13.	
6	48.163	1 88.77	30
7	60.399	1 53.13	26
	60.765	1 52.29	37

C 46.2% (i.Tr.) (理論値 46.7%)

X線スペクトル (測定器: フイリッブス社の
 粉末自動X線回折計, システム APD15)

ピーク	2-θ	d (pm)	I/I ₀
1	19.584	4 52.90	67
	21.049	4 21.69	82
	21.260	4 17.56	100
2	31.851	2 80.72	43
3	34.074	2 62.89	46
	34.630	2 58.80	61
	34.857	2 57.17	73
	35.176	2 54.90	54
	35.686	2 51.38	52
4	41.4	2 17.	
5	42.5	2 13.	
6	48.3	1 89.	
7	60.705	1 52.43	43
	61.982	1 49.59	28

例12: $Al-Mg$ -ヒドロキシ-ステアレート
 $Al_8Mg_{15}(OH)_{51}(C_{17}H_{35}COO)_4$ の製造

開放攪拌釜中に Al_2O_3 12.73% の水酸化アルミニウムペースト 578.2g を予め装入し、水 3151.4g で 釈し、その後 Al 4.22% 及び SO_4 21.62% を含有する硫酸アルミニウム溶液 796g を攪拌装入する。場合により存在する CO_2 ガスを排出するために一晚放置し、 MgO 含有率 99% の MgO 474g (市販されている) を攪拌下に加える。その際に若干の加熱が起る。

懸濁液の分析: Al 1.40%, Mg 5.60%,
 SO_4 3.46%

前記の懸濁液 4469g に水 7000g 中のステアリン酸 Na 986g を攪拌下に懸濁しながら添加する。60℃ に 1 時間加熱し、冷却させ、かつその後不溶性の $Al-Mg$ -ヒドロキシステアレートを濾取する。サルフェートが検出されなくなるまで水で後洗浄する。濾過ケーキを再び水 10kg 中に懸濁させかつ噴霧乾燥する。入口温度は 270℃, 出口温度は 100℃ である。

濁させながら加える。60℃ に 1 時間加熱し、冷却させ、かつ不溶性の $Al-Mg$ -ヒドロキシステアレートを濾取する。サルフェートが検出されなくなるまで水で後洗浄する。濾過ケーキを再び水 10kg 中に懸濁させかつ噴霧乾燥する。入口温度は 275℃, 出口温度は 100℃ である。

収量: 白色の無色結晶粉末 1556g (理論量の 95%)

同定: Al 6.5% (i.Tr.) (理論値 6.6%)
 Mg 11.7% (i.Tr.) (理論値 11.9%)
 C 42.0% (i.Tr.) (理論値 42.4%)

密度: 1.19g/ml

例 14: $Al-Mg$ -ヒドロキシステアレート

$Al_2Mg_{17}(OH)_{51}(C_{17}H_{35}COO)_4$ の製造

開放攪拌釜中に Al_2O_3 12.73% を含有する水酸化アルミニウムペースト 2086g を予め装入し、水 1825g で稀釈し、その後 Al 4.22% 及び SO_4 21.62% を含有する硫酸アルミニウム溶液 824g を攪拌装入する。場合

収量: 白色の無色結晶粉末 1606g (理論量の 97%)

同定: Al 3.7% (i.Tr.) (理論値 3.9%)
 Mg 15.3% (i.Tr.) (理論値 15.4%)
 C 40.8% (i.Tr.) (理論値 41.5%)

例 15: $Al-Mg$ -ヒドロキシステアレート

$Al_2Mg_{10}(OH)_{51}(C_{17}H_{35}COO)_4$ の製造

開放攪拌釜中に Al_2O_3 12.3% を含有する水酸化アルミニウムペースト 1581g を予め装入し、水 3000g で稀釈し、その後 Al 4.21% 及び SO_4 21.54% を含有する硫酸アルミニウム溶液 (固体の硫酸アルミニウム市販されている) 975g を攪拌装入する。場合により存在する CO_2 ガスを放出するために一晚放置し、 MgO 含有率 99% の MgO 446g を攪拌下に添加する。その際に若干加熱される。

懸濁液の分析: Al 2.41%, Mg 4.40%,
 SO_4 3.45%

前記の懸濁液 4470g に水 7000g 中のステアリン酸ナトリウム 983g を攪拌下に懸

により存在する CO_2 ガスを放出するために一晚放置し、かつその後 MgO 含有率 99% の MgO 264g を攪拌下に添加する。その際に若干加熱される。

懸濁液の分析: Al 3.4%, Mg 3.2%,
 SO_4 3.7%

前記の懸濁液 4469g に水 7000g 中のステアリン酸ナトリウム 1054g を攪拌下に懸濁させながら添加する。60℃ に 1 時間加熱し、冷却させ、かつその後不溶性の $Al-Mg$ -ヒドロキシステアレートを濾取する。サルフェートが検出されなくなるまで水で後洗浄する。濾過ケーキを再び水 10kg 中に懸濁させかつ噴霧乾燥する。入口温度は 270℃, 出口温度は 100℃ である。

収量: 白色の無色結晶粉末 1688g (理論量の 96%)

同定: Al 9.2% (i.Tr.) (理論値 9.3%)
 Mg 8.1% (i.Tr.) (理論値 8.4%)
 C 41.9% (i.Tr.) (理論値 42.3%)

例15: AL-Mg-ヒドロキシ-ステアレート

$Al_2Mg_4(OH)_{11}(C_{17}H_{35}COO)_4$ の製造

開放攪拌釜中に Al_2O_3 12.73% の水酸化アルミニウムペースト 2881g を予め投入し、水 1126g で希釈し、その後 AL 4.22% 及び BO_4 21.62% を含有する硫酸アルミニウム溶液 839g を攪拌投入する。一晩放置して、場合により存在する CO_2 ガスを排出させ、その後 MgO 含有率 99% の MgO (市販) 154g を攪拌下に添加する。その際に若干の加熱が起る。

懸濁液の分析: AL 4.32%, Mg 4.87%, BO_4 3.85%

前記の懸濁液 4469g に水 7000g 中のステアリン酸ナトリウム 1098g を攪拌下に懸濁させながら添加する。60℃ に 1 時間加熱し、冷却させ、その後不溶性の AL-Mg-ヒドロキシ-ステアレートを濾取する。サルフェートが検出されなくなるまで水で後洗浄する。濾過ケーキを水 10kg 中に再び懸濁させかつ噴霧乾燥させる。入口温度は 270℃, 出口温度は

る。サルフェートが検出されなくなるまで水で後洗浄する。濾過ケーキを水 70kg 中に懸濁させかつ噴霧乾燥する。入口温度は 280℃, 出口温度は 90℃ である。

収量: 白色の無臭結晶粉末 10.5kg (理論量の 92%)

同定: AL 6.5% (i.Tr.) (理論値 6.6%)
Mg 11.8% (i.Tr.) (理論値 11.9%)
C 42.1% (i.Tr.) (理論値 42.4%)

例17: AL-Mg-ヒドロキシ-パルミテート-ステアレート $Al_2Mg_{10}(OH)_{11}(C_{15}H_{31}COO)(C_{17}H_{35}COO)_3$ の製造

パルミチン酸 Na (例4から) 101g 及びステアリン酸 Na 335g を水 3930g 中に攪拌下に懸濁させかつ例1で製造したように AL-Mg-ヒドロキシ-サルフェート-懸濁液 2000g に加える。ターラックス (Turrax) で均質化しかつ室温で 3 時間攪拌する。濾過しかつ蒸留水で洗ってサルフェート分を除去する。濾過ケーキを乾燥箱中 95℃ で一定重量まで乾

100℃ である。

収量: 白色の無臭結晶粉末 1685g (理論量の 94%)

同定: AL 12.0% (i.Tr.) (理論値 12.1%)
Mg 4.7% (i.Tr.) (理論値 4.9%)
C 42.4% (i.Tr.) (理論値 42.7%)

例16: AL-Mg-ヒドロキシ-ステアレート

$Al_2Mg_{10}(OH)_{11}(C_{17}H_{35}COO)_4$ の製造

2004 - 攪拌釜中に Al_2O_3 12.3% の水酸化アルミニウムペースト 11.1kg を予め投入し、水 30kg で希釈し、その後 AL 4.2% 及び BO_4 21.5% を含有する硫酸アルミニウム溶液 6.8kg を攪拌投入する。3 時間攪拌し、その後 MgO 含有率 99% の MgO 3.1kg を添加する。その際に若干加熱される。更に 3 時間攪拌した後でステアリン酸ナトリウム 7.2kg 及び水 49kg を添加する。更に 2 時間攪拌しかつ懸濁液を高い剪断力で処理して均質なペーストを生成する。更に攪拌 (約 1 時間) 後、不溶性の AL-Mg-ヒドロキシ-ステアレートを圧濾機を介して濾取す

燥させる。

収量: 白色の無臭結晶粉末 693g (理論量の 95%)

同定: AL 6.6% (i.Tr.) (理論値 6.7%)
Mg 11.5% (i.Tr.) (理論値 12.0%)
C 41.4% (i.Tr.) (理論値 41.8%)

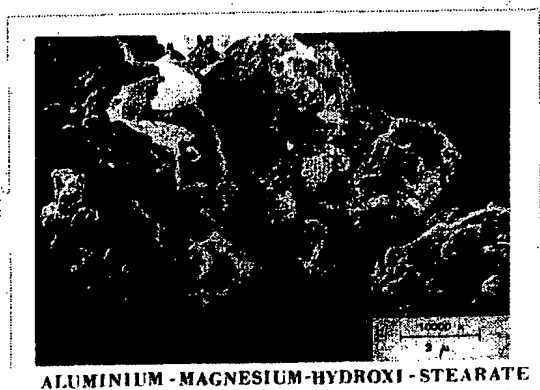
4 図面の簡単な説明

第1図は例10により生成された AL-Mg-ヒドロキシ-ステアレート結晶構造を示す REM 像写真、第2図はその X 線像、第3図はその示差熱分析曲線、第4図はその熱重量分析曲線を示す。

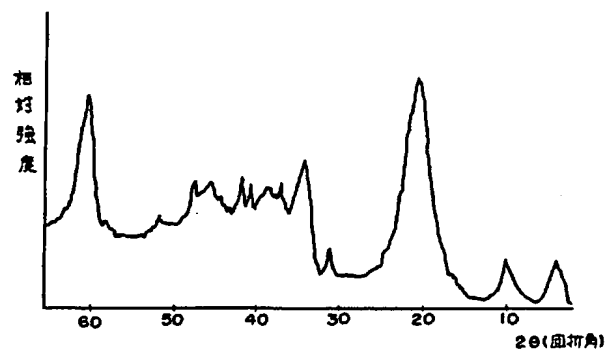
代理人 弁理士 矢野敏雄



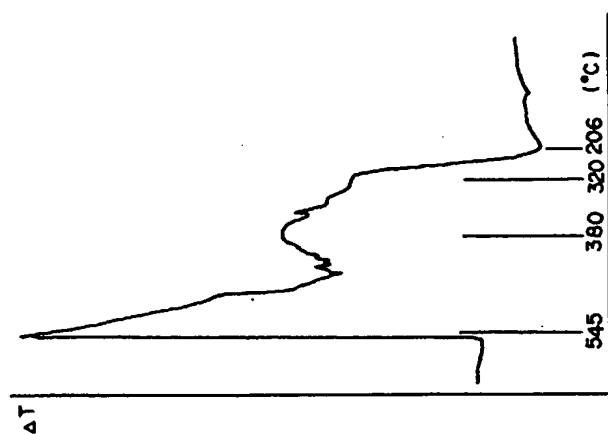
第1図



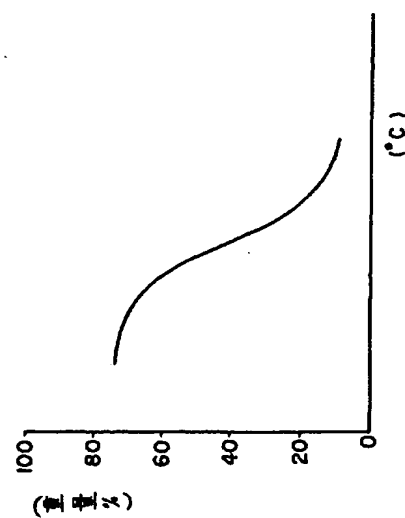
第2図



第3図



第4図



第1頁の続き

⑤Int.Cl.⁴

C 09 K 3/00

識別記号

1 0 3

庁内整理番号

C-7537-4H

⑦発 明 者 クラウス・ジャンツ

ドイツ連邦共和国ゲー・シャウエルンハイム・イン・デ
ル・ツアイル 5

⑦発 明 者 ブルーノ・カウフマン

ドイツ連邦共和国フランケンタール・オルムスハイマーホ
ーフ 16